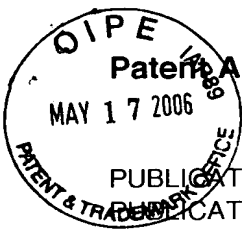


# EUROPEAN PATENT OFFICE



## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2000119816  
PUBLICATION DATE : 25-04-00

APPLICATION DATE : 13-10-98  
APPLICATION NUMBER : 10291030

APPLICANT : KYODO OXYGEN CO LTD;

INVENTOR : YAMASHITA YOSHITOMI;

INT.CL. : C22C 38/00 B23K 9/16 C21D 9/50 C22C 38/50

TITLE : Fe-BASE ALLOY FOR HIGH PURITY GAS, AND WELDED JOINT USING SAME

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture a welded joint for high purity gas, excellent in corrosion resistance and used for semiconductor manufacturing equipment or the like.

SOLUTION: The Fe-base alloy for high purity gas has a composition containing, by weight,  $\leq 0.03\%$  C,  $\leq 0.1\%$  Si,  $\leq 0.1\%$  Mn, 20-35% Cr, 0.1-5% Mo, 0-1% Nb, 0-1% Ti, 0-0.5% Cu, 0-0.5% W, and 0-5% Ni, also containing, as impurity elements,  $\leq 0.005\%$  S,  $\leq 0.02\%$  P,  $\leq 0.03\%$  N,  $\leq 0.01\%$  O, and  $\leq 0.005\%$  Insol.Al, and satisfying relations  $[\text{Sol.Al}\%] \leq 0.0002 \times [\text{Cr}\%] + 0.006$  and  $[\text{Sol.Al}] \leq 0.02 \times ([\text{Si}\%] + [\text{Mn}\%]) + 0.006$ .

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-119816

(P2000-119816A)

(43) 公開日 平成12年4月25日 (2000. 4. 25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト* (参考)
C 2 2 C 38/00	3 0 2	C 2 2 C 38/00	3 0 2 Z 4 E 0 0 1
B 2 3 K 9/16		B 2 3 K 9/16	J 4 K 0 4 2
C 2 1 D 9/50	1 0 1	C 2 1 D 9/50	1 0 1 A
C 2 2 C 38/50		C 2 2 C 38/50	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-291030

(22) 出願日 平成10年10月13日 (1998. 10. 13)

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(71) 出願人 000162124

共同酸素株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 平田 弘征

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号住

友金属工業株式会社内

(74) 代理人 100083585

弁理士 穂上 照忠 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高純度ガス用Fe基合金およびそれを用いた溶接継手

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 半導体製造装置などで使用される、耐食性に優れた高純度ガス用溶接継手の製造が可能になる。

【解決手段】 重量%で、C: 0.03%以下、Si: 0.1%以下、Mn: 0.1%以下、Cr: 20~35%、Mo: 0.1~5%、Nb: 0~1%、Ti: 0~1%、Cu: 0~0.5%、W: 0~0.5%、Ni: 0~5%で、不純物元素としてのSが0.005%以下、Pが0.02%以下、Nが0.03%以下、Oが0.01%以下、Insol. Alが0.005%以下であり、かつ下記の(1)、(2)式を満足する高純度ガス用Fe基合金である。

$[Sol. Al\%] \leq 0.0002 \times [Cr\%] + 0.006$

... (1)

$[Sol. Al\%] \leq 0.02 \times ([Si\%] + [Mn\%]) + 0.006$

... (2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】重量%で、C：0.03%以下、Si：0.1%以下、Mn：0.1%以下、Cr：20～35%、Mo：0.1～5%、Nb：0～1%、Ti：0～1%、Cu：0～0.5%、W：0～0.5%、Ni：0～5%で、残部はFeおよび不可避免の不純物か

$$[\text{Sol. Al \%}] \leq 0.0002 \times [\text{Cr \%}] + 0.006 \quad \dots (1)$$

$$[\text{Sol. Al \%}] \leq 0.02 \times ([\text{Si \%}] + [\text{Mn \%}]) + 0.006 \quad \dots (2)$$

【請求項2】請求項1に記載のFe基合金を、シールドガスとして不活性ガスのArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスを用い、または前記単独ガス若しくは混合ガスに0～20%のH<sub>2</sub>を添加したガスを用いてTIG溶接した溶接継手であって、熱処理の雰囲気として不活性ガスのArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスに1ppm～10%のO<sub>2</sub>を添加したガスを用い、またはさらに0～5%のH<sub>2</sub>Oを添加したガスを用いて、600℃～融点の温度範囲で、

$\{(-T/200) + 8\} \sim 120$ 秒の時間で加熱することを特徴とする高純度ガス用溶接継手。ただし、Tは加熱温度(℃)を示す。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体製造装置などで使用される高純度ガス用Fe基合金およびそれを用いた溶接継手に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、半導体等の製造においては、高集積度化の進展にともない、1μm以下の微細なパターン加工が必要とされている。このような製造プロセスでは微小な塵や不純物（パーティクル）が配線に付着し、回路不良の原因となることから、使用する反応ガスおよびキャリアガスはともに高純度であることが要求される。また、半導体製造用ガスとしては不活性ガス以外に塩素、クロロシラン類といった腐食性のガスも使用されるので、ガス供給系を構成する部材にはこれらに対する高い耐食性も併せて要求される。

【0003】従来、半導体製造用ガス供給系の構成部材には、SUS316Lに代表されるオーステナイト系ステンレス鋼が使用されてきた。特に、特開昭63-161145号公報には、Mn、Si、Al、O等を規制することにより、非金属介在物量を低減し、管内面側のパーティクルを低減しうるオーステナイト系ステンレス鋼が開示されている。しかし、ここで開示されるステンレス鋼は腐食性ガスに対する耐食性が十分でないため、最近になって、さらに特開平7-243000号公報や特開平7-233476号公報において、表面皮膜処理を前提とする耐食性の向上を図ったフェライト系ステンレス鋼が提案されている。

【0004】例えば、特開平7-233476号公報には、Crを13～35%含むフェライト系ステンレス鋼を不活性ガスと微量のH<sub>2</sub>Oおよび/またはH<sub>2</sub>の混合ガスの雰囲気中で300～600℃の温度で熱処理することにより、鋼の最表層にCr酸化膜を生成させて耐食性を向上させる方法が提案

らなり、不純物元素としてのSが0.005%以下、Pが0.02%以下、Nが0.03%以下、Oが0.01%以下、Insol. Alが0.005%以下であり、かつSol. Alが下記の(1)式および(2)式の関係を満足することを特徴とする高純度ガス用Fe基合金。

$$[\text{Sol. Al \%}] \leq 0.0002 \times [\text{Cr \%}] + 0.006 \quad \dots (1)$$

$$[\text{Sol. Al \%}] \leq 0.02 \times ([\text{Si \%}] + [\text{Mn \%}]) + 0.006 \quad \dots (2)$$

されている。

【0005】これらを構造物として組み立てる場合には、TIG溶接等による溶接施工を回避することができない。この溶接施工の際に、溶接熱サイクルによって高温に晒された熱影響部では耐腐食性が劣化する。そのため、特開平7-233476号公報では溶接熱影響部での鋭敏化を防止するため、C、N成分を低減したフェライト系ステンレス鋼についても提案されている。しかし、溶接熱影響部では様々な温度履歴に基づいて加熱されるため、ある特定の温度域で生じる鋭敏化だけでなく、表面皮膜の変質が生じることになるが、提案された鋼ではこれらについて配慮されていない。また、Si、Mn、Alを低減すると溶接金属中の非金属介在物の総量を低減することは可能であるが、完全に発塵源を抑えることは極めて困難である。

【0006】また、溶接により熔融、凝固する溶接金属では全く耐食性皮膜が破壊されるため、溶接熱影響部に比してより一層耐食性が劣化する。そのため、ウルトラクリーンテクノロジー、Vol. 8, No. 2, (1996) P. 98～101では、新たに開発された高速1周ナロービードの溶接技術によって、溶接ままの状態でも溶接ビードに十分な耐食性を付与することができることが紹介されている。しかし、この溶接技術を的確に適用するには、周辺技術を含めた特殊な溶接方法の確立が必要になるという問題がある。

【0007】一方、溶接中には鋼中のSi、Mn、Al等が酸化し、溶接金属中に非金属介在物として残留すること、耐食性を劣化させるとともに発塵の原因となる。そのため、特開平7-243000号公報にはCrを20～30%と高濃度を含むフェライト系ステンレス鋼が提案されており、溶接部の非金属介在物量を低減し、発塵を防止するためにSi、Mn、Alの低減を図ることが開示されている。確かに、Si、Mn、Alの低減を図ることによって、非金属介在物の総量を低減することは可能であるが、完全に抑制することは極めて困難である。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、半導体製造用ガス供給系に用いられる構造物の溶接施工に際し、溶接金属および溶接熱影響部（以下、単に「HAZ」という）を含む溶接部であっても、耐食性に優れる高純度ガス用Fe基合金およびそれを用いた溶接継手を提供することを目的としてなされたものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前述の課題を解決するため、種々の検討を重ねた結果、次の(a)～(b)の知見を得ることができた。

【0010】(a) 溶接時のHAZでは、融点直下から様々な熱サイクルを受ける。600～900℃までに加熱された領域では、皮膜中のCrが鋼中のC、Nと結合し、炭窒化物となるため、耐食性が劣化する。そのため、特開平7-233476号公報では、HAZでの鋭敏化を防止するためC、Nを低減している。しかし、C、Nを低減したとしても、900℃以上の高温HAZにおいて、耐食性の劣化が生じる。この要因について各種の分析機器を用いて調査した結果、酸化皮膜中にAlが混入していることが分かった。また、詳細観察によれば、溶接時の熱変形によってCr酸化皮膜が破壊された部分では、Alの酸化が発生していることも明らかになった。これらの原因については、次のように推測される。

【0011】すなわち、鋼中に非金属介在物として存在しないAl（以下、「Sol.Al」という）は、O（酸素）との親和力がCrに比して極めて強いので、溶接雰囲気中の微量なOと結合することに起因している。そこで、CrとSol.Al量の異なる鋼について種々検討を行った結果、鋼中のSol.Al量をCrと所定の関係を満足するようにすること、具体的には、Sol.Al量をCrとの特定関係以下に抑えることによって、高温HAZでの耐食性を改善しうることを見出した。鋼中のSol.Al量を抑えることによって、溶接時の熱変形でCrの酸化皮膜が破壊された部分であっても、エネルギー的に安定したSol.Alよりも、量的に多いCrがOと結合するためである。

【0012】(b) 溶接金属中の非金属介在物量は、主として製鋼時に脱酸素素として添加されるMn、Si、Al量を低減することによって、抑制することができる（例えば、特開平7-243000号公報参照）。しかし、実際の製鋼技術面において、非金属介在物を皆無にすることは困難であり、例えば、鋼中に非金属介在物として存在するAl（以下、「Insol.Al」という）は、溶接時に溶融池中に溶解せず、溶接中に凝集し、溶融池表面に浮上する。そして、接ガス面に存在して、耐食性をわずかに劣化させるので、鋼中のInsol.Al量は0.005%以下とする必要

$$[\text{Sol.Al}\%] \leq 0.0002 \times [\text{Cr}\%] + 0.006 \quad \dots (1)$$

$$[\text{Sol.Al}\%] \leq 0.02 \times ([\text{Si}\%] + [\text{Mn}\%]) + 0.006 \quad \dots (2)$$

(2) 上記(1)のFe基合金を、シールドガスとして不活性ガスのArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスを用い、または前記単独ガス若しくは混合ガスに0～20%のH<sub>2</sub>を添加したガスを用いてTIG溶接した溶接継手であって、熱処理の雰囲気として不活性ガスのArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスに1ppm～10%のO<sub>2</sub>を添加したガスを用い、またはさらに0～5%のH<sub>2</sub>Oを添加したガスを用いて、600℃～融点の温度範囲で、{(−T/200) + 8} ～120秒の時間で加熱することを特徴とする高純度ガス用溶接継手。ただし、Tは加熱温度(℃)を示す。

がある。

【0013】さらに非金属介在物に関する種々検討を重ねた結果、溶接中に生成する非金属介在物（元から鋼中に存在していた非金属介在物を除く）の形態は、鋼中のMn、Si、Sol.Al量の影響を受けることを明らかにした。すなわち、Sol.Al量がSi、Mn量に比して相対的に多くなる場合、溶融池内ではAlを主体とした複合酸化物を生成する。この酸化物は極めて凝集、粗大化しやすく、また溶融池の表面へ浮上するため、接ガス面に残留し、溶接金属の耐食性を劣化させる。そこで、Sol.Al量をSiおよびMnと所定の関係を満足するようにすること、具体的には、Sol.Al量をSiおよびMnとの特定関係以下に抑えることによって、上記のAlを主体とした複合酸化物をSi、Mnを主体とした酸化物に代えて、酸化物の凝集、粗大化を抑制し、耐食性の劣化を防止する。

【0014】(c) さらに、所定の化学組成からなる高純度ガス用Fe基合金を、不活性ガスArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガス、またはそれらに0～20%のH<sub>2</sub>ガスを混合したシールド雰囲気中で溶接し、熱処理の雰囲気として不活性ガスのArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスに1ppm～10%のO<sub>2</sub>を添加したガスを用い、またはさらに0～5%のH<sub>2</sub>Oを添加したガスを用いて、600℃～融点以下の温度で{(−T/200) + 8} ～120秒の時間で加熱することで十分な耐食性を有する継手が得られることを知見した（ただし、Tは加熱温度(℃)を示す）。

【0015】本発明は、このような検討に基づいて完成されたものであり、下記(1)の高純度ガス用Fe基合金および(2)の高純度ガス用溶接継手を要旨としている。

【0016】(1) 重量%で、C: 0.03%以下、Si: 0.1%以下、Mn: 0.1%以下、Cr: 20～35%、Mo: 0.1～5%、Nb: 0～1%、Ti: 0～1%、Cu: 0～0.5%、W: 0～0.5%、Ni: 0～5%で、残部はFeおよび不可避の不純物からなり、不純物元素としてのSが0.005%以下、Pが0.02%以下、Nが0.03%以下、Oが0.01%以下、Insol.Alが0.005%以下であり、かつSol.Alが下記の(1)式および(2)式の間係を満足することを特徴とする高純度ガス用Fe基合金。

## 【0017】

0) + 8} ～120秒の時間で加熱することを特徴とする高純度ガス用溶接継手。ただし、Tは加熱温度(℃)を示す。

## 【0018】

【発明の実施の形態】1. 本発明のFe基合金  
本発明のFe基合金の化学組成について、前記のように限定した理由を、作用効果とともに説明する。

【0019】C: 0.03%以下

Cは、鋼の引張強度を向上させるのに重要な元素である。しかし、強力なオーステナイト生成元素であるため過剰の添加はフェライト組織の安定性を劣化させる。さらに、Crとの親和力が強く、HAZにおいてCr炭化物を生成し、有効Cr量を低下させ、耐食性の劣化、いわゆる鋭敏化を招く。そのため、Cは0.03%以下とする。さらに望ましい上限は、0.02%である。

【0020】Si: 0.1%以下

Siは、鋼の製鋼時に脱酸元素として使用される。しかし、酸化性の強い元素であるため、多量の添加は溶接金属の非金属介在物量を増加させ、発塵源の増加を招く。そのため、Si含有量は0.1%以下とする必要がある。さらに望ましい上限は、0.08%である。

【0021】Mn: 0.1%以下

Mnは、鋼の製鋼時に脱酸元素として使用される。しかし、蒸気圧の高い元素であり、多量に添加すると溶接中の溶融池から蒸発し、HAZに付着して発塵、耐食性の劣化の原因となる。そのため、Mn含有量は0.1%以下とする必要がある。さらに望ましい上限は、0.08%である。

【0022】Cr: 20~35%

Crは、接ガス面にCr酸化皮膜を生成し、耐食性を確保するのに必須の元素である。十分な耐食性を有する皮膜を生成させるためには、20%以上の添加が必要である。しかし、過剰の添加は鋼製品の加工性を劣化させるだけでなく、HAZにおいてシグマ相に代表される金属間化合物相を生成しやすくなり、延性、靱性を著しく劣化させる。そのため、Cr含有量は35%以下とする。さらに望ましい上限は、30%である。

【0023】Mo: 0.1~5%

Moは、腐食性ガスに対する耐食性を向上させるのに有効な元素であり、0.1%以上の添加で効果が現れる。しかし、過剰の添加は効果が飽和するとともに、HAZでシグマ相に代表される金属間化合物相を生成しやすくなり、延性、靱性を著しく劣化させる。そのため、Mo含有量は5%以下とする。さらに望ましい範囲は、0.5~4%である。

【0024】Nb, Ti: 0~1%

NbおよびTiは、Cとの親和力が強くHAZでの鋭敏化抑制に有効な元素であるため添加しても良い。しかし、過剰の添加は耐溶接高温割れ性を劣化させるとともに鋼の熱間加工性を劣化させる。そのため添加する場合には、それぞれ1%以下とする。

【0025】Cu, W: 0~0.5%

Cu, Wともに、耐食性を向上させる効果を有するため添加しても良い。しかし、Wの過剰の添加は金属間化合物相の生成を促進し、Cuの添加はフェライト相の組織安定性を劣化させる。そのため、上限はともに0.5%とする。

【0026】Ni: 0~5%

Niはフェライト鋼の靱性向上に有効な元素であるので添

加しても良い。しかし、過剰の添加はフェライト組織の安定性を劣化させるため、添加する場合は上限を5%とする。

【0027】S: 0.005%以下

Sは不可避不純物元素であり、鋼製品の熱間加工性を劣化させるため、その含有量を0.005%以下とする必要がある。さらに望ましい上限は、0.004%である。特に下限は設けないが、極度の低減は製造コストの増大を招くため、0.0002%とするのが望ましい。

【0028】P: 0.02%以下

Pは、Sと同様に不可避不純物元素である。熱間加工性および溶接時の耐割れ性の観点から、その含有量を0.02%以下とする必要がある。さらに望ましくは、0.015%以下である。特に下限は設けないが、極度の低減は著しく製造コストの増大を招くので、0.0002%とするのが望ましい。

【0029】N: 0.03%以下

NはHAZの脆化を招くとともにCr窒化物を生成し、耐食性の劣化を招く。また、フェライト組織の安定性を劣化させる。そのため、N含有量は0.03%以下とする必要がある。望ましくは、0.025%以下である。特に下限は設けないが、極度の低減はコスト増を招くため、望ましくは0.0005%とする。

【0030】O (酸素): 0.01%以下

Oは鋼中にほとんど固溶せず、非金属介在物として存在し、母材では発塵源になる。また、溶接中にも非金属介在物として存在するOは溶湯表面に浮上し、発塵源となる。また、固溶Oも鋼中のAl, Si等と結合し、スラグを生成して発塵源となる。そのため、Oは極力低減する必要がある。上限は0.01%であるが、望ましくは0.008%である。特に下限は設けないが、極度の低減はコスト増を招くため、望ましくは0.0002%とする。

【0031】Insol. Al: 0.005%以下

Alは強力な脱酸元素であり、製鋼時に脱酸剤として添加される。Insol. Alとは、前述の通り、酸化物として鋼中に存在するAlのことをいうが、Alの態別分析において酸に溶解しないAlとして求められる。鋼中に酸化物として存在するAlは、高融点であるため、溶接中に溶融池内で溶融せず、凝集、粗大化し、溶湯表面に浮上して発塵源となる。そのため、Insol. Alは、0.005%以下とする必要がある。望ましくは0.004%以下である。特に下限は設ける必要はないが、極度の低減は製造コストの増大を招く。そのため、望ましい下限は0.0002%とする。

【0032】Sol. Al: 前述の通り、Sol. Alは、マトリックス中に固着しているAlおよび窒化物を形成しているAlをいう。Sol. Alとして存在するAl窒化物はInsol. Alとは異なり、高温HAZではマトリックス中に再固溶するため、皮膜の変質を招き、耐食性の劣化を招く。また、溶接中の溶湯内に溶解し、Al主体の酸化物を生成し、溶湯表面に浮上して発塵源となる。これらを防止するために

は、下記(1)、(2)式で示されるCr、Si、Mnとの関係式を満足する必要がある。

$$[\text{Sol. Al}\%] \leq 0.0002 \times [\text{Cr}\%] + 0.006 \quad \dots (1)$$

高温HAZにおいて、溶接時の熱変形によって破壊されたCr酸化皮膜の部分でAl酸化が生じ、耐食性の劣化をきたす。これを防止するためには、鋼中の[Sol. Al%]を、上

$$[\text{Sol. Al}\%] \leq 0.02 \times ([\text{Si}\%] + [\text{Mn}\%]) + 0.006 \quad \dots (2)$$

Sol. Al量がSi、Mn量に比して多い場合には、熔融池内ではAlを主体とした複合酸化物を生成する。この酸化物は非常に凝集、粗大化しやすく、熔融池表面へ浮上するため、接ガス面に残留し、発塵源となるとともに溶接金属の耐食性を劣化させる。これを防止するには、鋼中の[Sol. Al%]を上記(2)式の関係を満たすように低減し、Al主体の複合酸化物をSi、Mnを主体とした酸化物とし、酸化物の凝集、粗大化を防止する必要がある。特に、[Sol. Al%]に下限は設けないが、極度の低減は製造コストの増大を招くので、望ましくは0.0002%とする。

## 2. 本発明の溶接継手

本発明の溶接継手は、上述の化学組成からなるFe基合金に特定の溶接方法および熱処理を施すものである。次に、溶接方法および熱処理の条件を限定した理由について、説明する。

【0035】溶接時のシールドガス、および必要に応じてバックシールドガスには、不活性ガスとしてArまたはHeを単独ガス、若しくは混合ガスとして用いる。さらに選択的に、Arまたは、Heの単独ガス若しくは混合ガスに0～20%のH<sub>2</sub>を添加したガスを用いることができる。

【0036】本発明における溶接は、不活性ガス中で施工する必要がある。不活性ガスの中でもN<sub>2</sub>は熔融池中に溶解し、フェライト組織の組織安定性を劣化させるとともに、溶接金属およびHAZの著しい脆化を招くため、不活性ガスとしてArまたはHeに限定して、それらの単独ガス若しくは混合ガスを使用する。また、H<sub>2</sub>は還元性のガスであり、溶接中のスラグ生成を抑制する効果が期待できるため、シールドガスとして添加しても良い。しかし、20%を超える添加は溶接金属にH<sub>2</sub>が溶解し、溶接低温割れを招く。そのため、H<sub>2</sub>を添加する場合には、その上限は20%とする。望ましい上限は、15%である。

【0037】熱処理の雰囲気には、不活性ガスとしてArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスに1ppm～10%のO<sub>2</sub>を添加したガスを用いる。必要ある場合には、さらに0～5%のH<sub>2</sub>Oを添加したガスを用いることができる。

【0038】熱処理は耐食性を有するCr酸化皮膜を成長させるため、不活性ガスとしてArまたはHeの単独ガス若しくは混合ガスにO<sub>2</sub>を添加した雰囲気で行う必要がある。しかし、O<sub>2</sub>が1ppm未満では皮膜の成長に効果がなく、また、10%を超えるとCr以外のAl、Si等の脱酸元

【0033】

記(1)式で示すように低減する。

【0034】

素が酸化し、耐食性をかえって劣化させる。そのため、O<sub>2</sub>の混合比は、1ppm～10%とする。さらに望ましいO<sub>2</sub>の混合比は、3ppm～5%である。

【0039】また、H<sub>2</sub>OはO<sub>2</sub>と同様に、Cr酸化皮膜を成長させる効果があるため、添加してもよい。H<sub>2</sub>Oを添加する場合には、その混合比の上限は5%とすることが望ましい。ここで規定する熱処理雰囲気は、溶接施工時に構造物全体がその雰囲気中に保持される必要はなく、耐食性が要求される溶接部、例えば、鋼管であれば接ガス面である管内面側だけがこの雰囲気中に保持されるようにすれば良い。

【0040】熱処理の加熱温度は、600℃～融点以下の温度範囲で実施する。加熱温度が600℃未満になると、Crの拡散が遅く、皮膜の生成に長時間を要することになるためである。

【0041】熱処理の加熱時間は、 $\{(-T/200) + 8\}$ ～120秒間とする。ただし、Tは加熱温度(℃)を表す。加熱時間は加熱温度との関係で決まり、少なくとも $\{(-T/200) + 8\}$ 以上加熱する必要がある。しかし、120秒を超える加熱は、シグマ相に代表される金属間化合物相や窒化物相の生成を招くおそれがある。そのため、120秒以下とする。

【0042】熱処理の熱源には高周波誘導加熱等あらゆる熱源を利用できるが、加熱速度が5℃/min以下であると、酸化皮膜の異常成長を招き、耐食性を劣化させるおそれがあるので、加熱速度を5℃/min以上とすることが望ましい。また、冷却速度についても同様のことが言え、特に酸化皮膜の成長が著しい、加熱温度から500℃までの平均冷却速度が10℃/s以上にするのが望ましい。

【0043】

【実施例】表1に示す22種類の化学組成を有するFe基合金を溶製して、外径6.35mm、肉厚1mmの供試鋼管を試作した。供試鋼管の端面を機械加工で仕上げ、各種ガスをシールドガスおよび必要に応じてバックシールドガスとして用い、TIG突き合わせ溶接を行い、溶接継手を作製した。また、この溶接継手の内面に各種ガスを流し、種々の条件にて熱処理を行った。その後、得られた溶接継手の耐食性を評価した。

【0044】

【表1】

表 1

区分	符号	供試鋼管の化学組成 (重量%)								残部: Fe および不純物				Sol.Al との対比	
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	他	Insol. Al	Sol. Al	N	O	(1)式の値 *2	(2)式の値 *3
本発明例	A1	0.022	0.08	0.05	0.006	0.004	26.5	3.1		0.003	0.005	0.020	0.005	0.0113	0.0086
	A2	0.018	0.10	0.06	0.012	0.003	28.0	1.0	Nb:0.5	0.004	0.006	0.018	0.007	0.0116	0.0092
	A3	0.030	0.08	0.10	0.008	0.003	34.5	0.5		0.002	0.009	0.030	0.003	0.0129	0.0094
	A4	0.010	0.03	0.08	0.010	0.002	22.2	2.6		0.005	0.004	0.015	0.010	0.0104	0.0082
	A5	0.025	0.10	0.10	0.015	0.005	27.9	0.1	Ti:0.5	0.005	0.010	0.008	0.008	0.0116	0.0100
	A6	0.026	0.03	0.07	0.009	0.005	29.5	1.8		0.003	0.003	0.021	0.009	0.0119	0.0080
	A7	0.030	0.02	0.01	0.020	0.001	35.0	4.4		0.001	0.002	0.013	0.002	0.0130	0.0066
	A8	0.010	0.07	0.09	0.003	0.003	30.1	5.0	Ni:1.5	0.003	0.004	0.011	0.004	0.0120	0.0092
	A9	0.008	0.09	0.04	0.005	<0.001	31.1	0.8		0.005	0.008	0.010	0.008	0.0122	0.0086
	A10	0.020	0.06	0.06	0.015	0.002	26.2	1.9		0.001	0.001	0.023	0.002	0.0112	0.0084
	A11	0.028	0.05	0.05	0.017	0.001	21.0	4.0		0.004	0.004	0.030	0.006	0.0112	0.0080
	A12	0.005	0.07	0.04	0.020	<0.001	20.9	0.7		0.002	0.003	0.012	0.005	0.0108	0.0082
	A13	0.011	0.07	0.06	0.009	0.005	25.3	1.0	Cu:0.2	0.001	0.001	0.015	0.002	0.0111	0.0086
	A14	0.019	0.04	0.03	0.010	0.003	31.3	1.1	W:0.2	0.005	0.006	0.021	0.007	0.0123	0.0074
	A15	0.023	0.01	0.06	0.010	0.004	28.9	2.0		0.004	0.003	0.019	0.004	0.0118	0.0074
比較例	B1	0.025	0.08	0.06	0.006	0.002	22.3	0.5		0.003	0.012*	0.010	0.003	0.0105	0.0088
	B2	0.030	0.05	0.06	0.007	0.003	26.5	1.3	Nb:0.1	0.002	0.010*	0.021	0.003	0.0113	0.0082
	B3	0.021	0.10	0.08	0.018	0.001	19.4*	0.1		0.005	0.007	0.018	0.007	0.0116	0.0096
	B4	0.018	0.02	0.04	0.004	0.003	32.6	2.6		0.003	0.009*	0.016	0.006	0.0125	0.0072
	B5	0.020	0.04	0.10	0.010	0.005	37.9*	3.3	Cu:0.1	0.007*	0.006	0.025	0.010	0.0129	0.0088
	B6	0.023	0.06	0.07	0.015	0.003	20.7	4.1		0.004	0.013*	0.030	0.005	0.0101	0.0086
	B7	0.016	0.10	0.06	0.007	0.003	24.6	1.3		0.012*	0.014*	0.025	0.013*	0.0109	0.0092

(注) 1)表中で\*印を付した値は、本発明で規定した範囲を外れることを示す。  
\*2)Sol.Al との対比で(1)式の値は  $0.0002 \times [\text{Cr} \text{ \%}] + 0.006$  であり、Sol.Al の上限を示す。  
\*3)Sol.Al との対比で(2)式の値は  $0.02 \times ([\text{Si} \text{ \%}] + [\text{Mn} \text{ \%}]) + 0.006$  であり、Sol.Al の上限を示す。

【0045】耐食性は、継手内部に臭化水素ガスを5気圧封入し、温度80℃で100時間保持した後、管内面の変化を走査型電子顕微鏡にて観察して評価した。耐食性評価の基準は、孔食など腐食部分の有無により評価した。同時に、2次イオン質量分析計を用いて、溶融線から0.2mm離れたHAZ表面および管内面の溶接金属中央の酸化皮膜中のCr量の深さ方向への分布を測定し、酸化皮膜中のCr濃度の最高値およびCrが濃化している厚さを求めた。このとき、皮膜中のCrの最高濃度が90%以上であるものが合格の目安となり、耐食性を有する皮膜として、皮膜厚さ2μm以上となるのが望ましい。

【0046】本発明例の評価結果を表2および表3に示し、比較例の評価結果を表4の示す。表2、3から、本発明で規定する化学組成の供試鋼管に、本発明で規定する溶接方法および熱処理を施すことによって得られた継手AJ1〜AJ37は、十分な耐食性を発揮することが分かる。

【0047】一方、表4に示すように、いずれの比較例も耐食性に不具合が生じている。まず、継手BJ1は、溶接時のシールドガスおよびバックシールドガスにN<sub>2</sub>を使用したものであるが、溶接金属中にオーステナイトが生成し、皮膜中のCr濃度が90%を下回り、耐食性が劣っている。また、継手BJ2およびBJ3は、溶接時のシールドガスおよびバックシールドガスに過剰なH<sub>2</sub>を混合したガスを使用したため、溶接金属に低温割れが発生した。

【0048】次に、継手BJ4は、熱処理の雰囲気中のO<sub>2</sub>の混合比が過剰であったために、HAZおよび溶接金属表面でCr以外の元素の酸化が生じ、皮膜中のCr量が90%以下となり、耐食性が劣っている。また、継手BJ5は、熱処理時の温度が400℃と低かったために、溶接金属の皮膜厚さが1.4μmと薄く、十分な耐食性が得られなかった。これに対し、継手BJ6は熱処理温度が母材の融点を超えるものであったため、継手母材の全体が溶融、折損した。

【0049】継手BJ7は、熱処理の加熱時間が $\{(-T/200) + 8\}$ 未満であったため、溶接金属表面の皮膜厚さが1.6μmと薄く、十分な耐食性が得られなかった。継手BJ8は、熱処理の加熱時間が120秒を超えたため、Cr以外の元素の酸化も生じ、HAZおよび溶接金属表面のいずれの皮膜中のCr量も90%以下となり、耐食性が劣る。

【0050】継手BJ9およびBJ14は、供試材中のSol.Al量とCrの関係が(1)式の $0.0002 \times [\text{Cr} \text{ \%}] + 0.006$ の値を上回ったために、HAZ、溶接金属表面のいずれの皮膜中のCr量も90%以下となり、耐食性が劣った。さらに、Sol.Al量が(2)式の $0.02 \times ([\text{Si} \text{ \%}] + [\text{Mn} \text{ \%}]) + 0.006$ の値をも上回ったため、溶接ビード表面に凝集したスラグが生成し、その部分が試験中にはがれ、腐食が生じている部分が観察された。一方、継手BJ10およびBJ12は、HAZ、溶接金属とも表面の皮膜の性状は良好であったが、Sol.Al量が(2)式の $0.02 \times ([\text{Si} \text{ \%}] + [\text{Mn} \text{ \%}]) + 0.006$ の値を上回ったため、溶接ビード表面に凝集したスラグが生成し、その部分が試験中にはがれ、腐食が生じた。

【0051】継手BJ11は、本発明で規定するCr量を下回ったため、十分なCr濃度の皮膜が生成せず、耐食性が劣る。継手BJ13は、Cr量が本発明で規定する範囲を上回ったため、HAZでCrを多量に含むシグマ相が生成したため、耐食性が劣っている。

め、皮膜中のCr量が90%を下回り、耐食性が劣る。また、Insol.Al量が0.005%を超えたため、溶接ビード表面に凝集し、その部分から腐食が生じた。継手BJ15は、Sol.Al量が前記(1)式で示すCrとの関係および前記(2)式で示すSi、Mnとの関係を満足せず、さらに、Insol.Al量およびO量も本発明で規定する範囲を上回ったため、極めて耐食性が劣っていた。

【0052】以上の説明の通り、本発明で規定する化学組成を有するFe基合金に、本発明で規定する条件で溶接および熱処理を施すことによって、十分な耐食性を発揮する溶接継手が得られることが明らかである。

【0053】

【表2】

区分	継手符号	供試鋼管	溶接時の雰囲気	熱処理時の条件				耐食性評価	HAZ:0.2mm <sup>*3</sup>		溶接金属	
				雰囲気	加熱温度(°C)	加熱時間(sec)	換算値(sec) <sup>*1</sup>		C濃度(%) <sup>*2</sup>	皮膜厚さ(μm)	Cr濃度(%) <sup>*2</sup>	皮膜厚さ(μm)
本発明例	AJ1	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	95	2.5	93	2.2
	AJ2	A1	Ar,50%He	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	98	2.6	92	2.4
	AJ3	A1	He	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	93	2.5	93	2.4
	AJ4	A1	Ar,5%He	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	95	2.6	92	2.4
	AJ5	A1	Ar,5%He	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	96	2.6	94	2.3
	AJ6	A1	Ar	Ar,1ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	96	2.5	93	2.2
	AJ7	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	95	2.6	93	2.3
	AJ8	A1	Ar	Ar,1%O <sub>2</sub>	800	10	4	○	94	2.8	92	2.3
	AJ9	A1	Ar	Ar,5%O <sub>2</sub>	800	10	4	○	96	3.2	94	3.0
	AJ10	A1	Ar	Ar,10%O <sub>2</sub>	800	10	4	○	94	3.4	92	2.8
	AJ11	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub> , 50ppmH <sub>2</sub> O	800	10	4	○	94	2.7	91	2.5
	AJ12	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub> , 1%He	800	10	4	○	93	2.7	92	2.5
	AJ13	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub> , 10%He	800	10	4	○	95	2.6	93	2.3
	AJ14	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	600	10	5	○	96	2.5	95	2.1
	AJ15	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	5	4	○	94	2.7	90	2.3
	AJ16	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	93	3.1	92	2.6
	AJ17	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	30	4	○	94	3.5	93	3.3
	AJ18	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	60	4	○	96	3.7	93	3.6
	AJ19	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	90	4	○	95	3.9	94	3.5
	AJ20	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	120	4	○	93	3.8	91	3.5

注：\*1) 加熱時間の最少換算値は、 $(-T/200)+8$ による。  
 \*2) Cr濃度は、被膜中の最高Cr濃度(%)を示す。  
 \*3) 溶融線から0.2mm離れたHAZ表面による。  
 \*4) 耐食性評価は、○：腐食無し、または×：腐食有りで評価した。

【0054】

【表3】

区分	継手符号	供試鋼管	溶接時の雰囲気	熱処理時の条件				耐食性評価	HAZ:0.2mm <sup>*3</sup>		溶接金属	
				雰囲気	加熱温度(°C)	加熱時間(sec)	換算値(sec) <sup>*1</sup>		C濃度(%) <sup>*2</sup>	皮膜厚さ(μm)	Cr濃度(%) <sup>*2</sup>	皮膜厚さ(μm)
本発明例	AJ21	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	1000	10	3	○	95	2.7	93	2.2
	AJ22	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	1200	10	2	○	93	2.9	92	2.6
	AJ23	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	1400	10	1	○	94	3.1	91	2.4
	AJ24	A2	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	94	2.5	91	2.1
	AJ25	A3	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	96	2.7	94	2.3
	AJ26	A4	Ar	Ar,1ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	99	2.8	97	2.4
	AJ27	A5	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	91	2.5	91	2.4
	AJ28	A6	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	95	2.6	93	2.2
	AJ29	A7	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	99	2.7	94	2.1
	AJ30	A8	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	97	2.5	96	2.3
	AJ31	A9	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	96	2.5	95	2.2
	AJ32	A10	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	94	2.5	93	2.3
	AJ33	A11	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	91	2.6	90	2.4
	AJ34	A12	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	90	2.7	92	2.2
	AJ35	A13	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	94	2.5	91	2.3
	AJ36	A14	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	98	2.5	96	2.3
	AJ37	A15	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	○	95	2.7	91	2.4

注：\*1) 加熱時間の最少換算値は、 $(-T/200)+8$ による。  
 \*2) Cr濃度は、被膜中の最高Cr濃度(%)を示す。  
 \*3) 溶融線から0.2mm離れたHAZ表面による。  
 \*4) 耐食性評価は、○：腐食無し、または×：腐食有りで評価した。



【0055】

【表4】

表 4

区 分	継手 符号	供 試 鋼 管	溶接時の 雰囲気	熱処理時の条件				耐食性評価  *4	HAZ:0.2mm *3		溶接金属	
				雰囲気	加熱温度 (℃)	加熱時間 (sec)	換算値 (sec) *1		C濃度 (%) *2	皮膜厚さ (μm)	Cr濃度 (%) *2	皮膜厚さ (μm)
比 較 例	BJ1	A1	N <sub>2</sub> *	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM)	92	2.1	76	2.0
	BJ2	A1	Ar,50%He*	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	溶接金属に割れ発生				
	BJ3	A1	H <sub>2</sub> *	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	溶接金属に割れ発生				
	BJ4	A1	Ar	Ar,20%O <sub>2</sub> *	800	10	4	×(WM, HAZ)	45	4.8	33	4.4
	BJ5	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	400*	120	6	×(WM)	93	2.1	92	1.4
	BJ6	A1	Ar	Ar,1ppmO <sub>2</sub>	1600*	10	4	母材溶融が発生				
	BJ7	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	1*	4	×(WM)	94	2.2	92	1.6
	BJ8	A1	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	150*	4	×(WM, HAZ)	86	7.9	81	7.0
	BJ9	B1*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM, HAZ)	50	2.6	71	2.3
	BJ10	B2*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM)	90	2.6	90	2.4
	BJ11	B3*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM, HAZ)	83	2.5	82	2.2
	BJ12	B4*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM)	91	2.6	92	2.5
	BJ13	B5*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM, HAZ)	62	2.5	94	2.3
	BJ14	B6*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	5	×(WM, HAZ)	80	2.6	82	2.1
	BJ15	B7*	Ar	Ar,50ppmO <sub>2</sub>	800	10	4	×(WM, HAZ)	74	3.1	70	2.8

注；\*1) 加熱時間の最少換算値は、 $(-T/200)+8$ による。  
\*2) Cr濃度は、被膜中の最高Cr濃度(%)を示す。  
\*3) 溶融線から0.2mm離れたHAZ表面による。  
\*4) 耐食性評価は、○：腐食無し、または×：腐食有りで評価した。  
腐食有りの場合には、( )内に腐食位置をWM：溶接金属、またはHAZ：溶接熱影響部で示す。

【0056】

【発明の効果】本発明のFe基合金によれば、構造物の組立に際して溶接施工をともしない場合であっても、溶接金属およびHAZを含む溶接部は優れた耐食性を発揮するこ

とができる。したがって、このFe基合金を用いた本発明の溶接継手は、半導体製造装置などで使用される高純度ガス用溶接継手として好適なものである。

フロントページの続き

(72)発明者 東 茂樹  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号住友金属工業株式会社内

(72)発明者 山下 良富  
和歌山県和歌山市湊1850番地共同酸素株式会社内

Fターム(参考) 4E001 AA03 BB07 CC04 DD02 DD03  
DD05 DD06  
4K042 AA24 DC02 DC03 DC04 EA03